

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-125472

(43) 公開日 平成10年(1998) 5月15日

(51) Int.Cl.<sup>5</sup>

H 0 5 B 33/26  
33/10

識別記号

F I

H 0 5 B 33/26  
33/10

審査請求 未請求 請求項の数 5 F D (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平8-299744  
(22) 出願日 平成8年(1996)10月24日

(71) 出願人 000003067  
ティーディーケイ株式会社  
東京都中央区日本橋1丁目13番1号  
(72) 発明者 森 匡見  
東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内  
(72) 発明者 中谷 賢司  
東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内  
(72) 発明者 荒井 三千男  
東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内  
(74) 代理人 弁理士 石井 陽一

(54) 【発明の名称】 有機EL発光素子の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 陰電極の成膜時に、低しきい値電圧で、しかもエレクトロンによる素子の構成膜へのダメージを与えない有機EL発光素子の製造方法を提供する。

【解決手段】 基板上に形成された有機発光素子構造体上に、スパッタガスにKrおよび/またはXe、あるいはこれらとAr、HeおよびNeのうちの1種以上との混合ガスを用い、スパッタガスの動作圧力が10Pa以上のDCスパッタ法にて陰電極を成膜する有機EL発光素子の製造方法とした。

(2)

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 基板上に形成された有機EL発光素子構造体上に、スパッタガスにKrおよび／またはXeを用いるか、あるいはこれとAr、HeおよびNeのうちの1種以上との混合ガスを用い、スパッタ法にて陰電極を成膜する有機EL発光素子の製造方法。

【請求項2】 スパッタガスの動作圧力が10Pa以上である請求項1の有機EL発光素子の製造方法。

【請求項3】 前記スパッタガスのKrおよびXe含有率が、90～100%である請求項1または2の有機EL発光素子の製造方法。

【請求項4】 基板上に形成された有機EL発光素子構造体上に、動作圧力10Pa以上でスパッタ法にて陰電極を成膜する有機EL発光素子の製造方法。

【請求項5】 スパッタ法がDCスパッタ法である請求項1～4のいずれかの有機EL発光素子の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、有機化合物を用いた有機EL発光素子（以下、有機EL素子ともいう）に関し、さらに詳細には、発光層に電子を供給する陰電極の製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】近年、有機EL発光素子が盛んに研究されている。これは、錫ドープ酸化インジウム（ITO）などの透明電極（陽電極）上にテトラフェニルジアンミン（TPD）などのホール輸送材料を蒸着等により薄膜とし、さらにアルミニウムノール錯体（ $Alq_3$ ）などの蛍光物質を発光層として積層し、さらにMgなどの仕事関数の小さな金属電極（陰電極）を形成した基本構成を有する素子で、10V前後の電圧で数100～1000 cd/cm<sup>2</sup>ときわめて高い輝度が得られることで注目されている。

【0003】このような有機EL素子の陰電極として用いられる材料は、発光層へ電子を多く注入するものが有効であると考えられている。換言すれば、仕事関数の小さい材料ほど陰電極として適していると言える。仕事関数の小さい材料としては種々のものがあるが、EL発光素子の陰電極として用いられるものとしては、例えば特開平4-233194号公報に記載されているMgAg、AlLiが一般的である。この理由として、有機EL発光素子の製造プロセスが、抵抗加熱を用いた蒸着を主としているため、蒸着源は低温で蒸気圧の高いものに自ずと制限されてしまうという事情がある。また、このような抵抗加熱を用いた蒸着プロセスを用いているため、膜界面での密着性が悪くなり、これが素子寿命を律する要因ともなっていた。

【0004】真空成膜の一つとして、スパッタ法を用いることも考えられる。しかし、従来のスパッタ法の場合、Ar等の不活性ガスを用いて、ガス圧0.5～1.

2

0Paの条件により行われるが、蒸着の場合と比較してスパッタされる原子や原子団は数10～数100倍程度の高い運動エネルギーを有する。このため、有機物から形成された発光層等に直接スパッタ成膜すると、エレクトロンによるダメージを与えることになる。より具体的には、電離されたエレクトロンが多数有機EL素子構造体に衝突して、素子構成膜がダメージを受け、静電破壊電圧が低下し、陰陽電極間に電圧を印加するとリークを生じてしまい、素子として機能しなくなる。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、陰電極の成膜時に、低しきい値電圧で、しかもエレクトロンによる素子の構成膜へのダメージを与えない有機EL発光素子の製造方法を提供することにある。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】このような目的は、下記（1）～（5）の本発明により達成される。

（1） 基板上に形成された有機EL発光素子構造体上に、スパッタガスにKrおよび／またはXeを用いるか、あるいはこれとAr、HeおよびNeのうちの1種以上との混合ガスを用い、スパッタ法にて陰電極を成膜する有機EL発光素子の製造方法。

（2） スパッタガスの動作圧力が10Pa以上である上記（1）の有機EL発光素子の製造方法。

（3） 前記スパッタガスのKrおよびXe含有率が、90～100%である上記（1）または（2）の有機EL発光素子の製造方法。

（4） 基板上に形成された有機EL発光素子構造体上に、動作圧力10Pa以上でスパッタ法にて陰電極を成膜する有機EL発光素子の製造方法。

（5） スパッタ法がDCスパッタ法である上記（1）～（4）のいずれかの有機EL発光素子の製造方法。

## 【0007】

【発明の実施の形態】以下、本発明の具体的構成について詳細に説明する。

【0008】本発明の有機EL発光素子の製造方法は、基板上に形成された有機発光素子構造体上に、スパッタガスにKrまたはXe、あるいはこれらの混合ガス、さらにはこれらとAr、HeおよびNeのうちの1種以上との混合ガスを用い、好ましくはDCスパッタ法にて陰電極を成膜し、さらにスパッタガスの動作圧力を好ましくは10Pa以上とする。

【0009】スパッタガスは、任意の量比のKr+Xeであってよいが、KrまたはXeが好ましく、特にKr単体が好ましい。Kr、Xeを用いることにより、スパッタガスがイオン化し難くなり、エレクトロンの発生も少なくなる。また、KrまたはXeとAr、He、Neのうちの1～3種との混合ガスを用いても良く、このような混合ガスを用いる場合、KrまたはXeの分圧は90%以上とする。このように混合ガスを用いることによ

(3)

3

り、投入電力が少なくて済む。

【0010】このようなスパッタガスのスパッタ時における動作圧力としては、好ましくは10Pa以上、さらには12～50Pa程度が好ましい。動作圧力は可能な限り高い圧力とすることが好ましい。スパッタガスの圧力が高いと、ターゲットより飛来してくる金属原子や原子団がスパッタガスと衝突して散乱されやすくなり、自由工程が少なくなることから運動エネルギーも小さくなる。動作圧力を10Pa以上とするときには、有機EL素子構造体へのダメージが低下するが、スパッタガスはAr、Ne、He、Kr、Xe等の1種以上であってもよい。ただし、Kr、Xeを含む前記スパッタガスを用いるとダメージはより少なくなる。ここで有機EL素子構造体とは、陰電極形成前の有機EL素子をいう。

【0011】スパッタ法としてはRF電源を用いた高周波スパッタ法も可能であるが、有機EL素子構造体へのダメージを少なくするためにはDCスパッタ法を用いることが好ましい。DCスパッタ装置の電力としては、好ましくは0.1～4W/cm<sup>2</sup>、特に0.5～1W/cm<sup>2</sup>の範囲である。

【0012】このようなスパッタ法にて成膜される陰電極の構成材料としては、電子注入を効果的に行うために、低仕事関数の物質として、例えば、K、Li、Na、Mg、La、Ce、Ca、Sr、Ba、Al、Ag、In、Sn、Zn、Zr等の金属元素単体、または安定性を向上させるためにそれらを含む2成分、3成分の合金系を用いることが好ましい。合金系としては、例えばAg・Mg (Ag:1～20at%)、Al・Li (Li:0.5～10at%)、In・Mg (Mg:50～80at%)、Al・Ca (Ca:5～20at%)等が好ましい。したがって、ターゲットとしては、通常このような陰電極構成金属、合金を用いる。

【0013】また、陰電極薄膜の厚さは、電子注入を十分行える一定以上の厚さとすればよく、50nm以上、好ましくは100nm以上とすればよい。また、その上限値には特に制限はないが、通常膜厚は100～500nm程度とすればよい。

【0014】本発明の方法により製造される有機発光素子は、基板上に陽電極と、この上に陰電極とを有し、これらの電極に挟まれて、それぞれ少なくとも1層の電荷輸送層および発光層を有し、さらに最上層として保護層を有する。なお、電荷輸送層は省略可能である。そして、陰電極は、前述のとおり、スパッタ法で成膜される仕事関数の小さい金属または合金で構成されたものである。

【0015】本発明により製造される有機発光素子の構成例を図1に示す。同図に示されるEL素子は、基板21上に、陽電極22、正孔注入・輸送層23、発光および電子注入輸送層24、陰電極25を順次有する。

【0016】本発明のEL素子は、図示例に限らず、種

4

々の構成とすることができ、例えば発光層を単独で設け、この発光層と金属電極との間に電子注入輸送層を介在させた構成とすることもできる。また必要に応じ、正孔注入・輸送層23と発光層とを混合してもよい。

【0017】陰電極は前述のように成膜し、発光層等の有機物層は真空蒸着等により、陽電極は蒸着やスパッタ等により成膜することができるが、これらの膜のそれぞれは、必要に応じてマスク蒸着または膜形成後にエッチングなどの方法によってパターンニングでき、これによって、所望の発光パターンを得ることができる。さらには、基板が薄膜トランジスタ(TFT)であって、そのパターンに応じて各膜を形成することでそのまま表示および駆動パターンとすることもできる。最後に、SiO<sub>x</sub>等の無機材料、テフロン等の有機材料からなる保護層を形成すればよい。

【0018】保護層は、基板1側から発光した光を取り出す構成では透明でも不透明であってもよい。透明にする場合は、透明な材料(例えばSiO<sub>2</sub>、SiAlON等)を選択して用いるか、あるいは厚さを制御して透明(好ましくは発光光の透過率が80%以上)となるようにすればよい。一般に、保護層の厚さは50～1200nm程度とする。保護層は一般的なスパッタ法、蒸着法等により形成すればよい。

【0019】さらに、素子の有機層や電極の酸化を防ぐために素子上に封止層を形成することが好ましい。封止層は、湿気の侵入を防ぐために市販の低吸湿性の光硬化性接着剤、エポキシ系接着剤、シリコン系接着剤、架橋エチレン-酢酸ビニル共重合体接着剤シート等の接着性樹脂層を用いて、ガラス板等の封止板を接着し密封する。ガラス板以外にも金属板、プラスチック板等を用いることもできる。

【0020】次に、本発明のEL素子に設けられる有機物層について述べる。

【0021】発光層は、正孔(ホール)および電子の注入機能、それらの輸送機能、正孔と電子の再結合により励起子を生成させる機能を有する。発光層には比較的電子的にニュートラルな化合物を用いることが好ましい。

【0022】電荷輸送層は、陽電極からの正孔の注入を容易にする機能、正孔を輸送する機能および電子を妨げる機能を有し、正孔注入輸送層とも称される。

【0023】このほか、必要に応じ、例えば発光層に用いる化合物の電子注入輸送機能がさほど高くないときなど、前述のように、発光層と陰電極との間に、陰電極からの電子の注入を容易にする機能、電子を輸送する機能および正孔を妨げる機能を有する電子注入輸送層を設けてもよい。

【0024】正孔注入輸送層および電子注入輸送層は、発光層へ注入される正孔や電子を増大・閉じ込めさせ、再結合領域を最適化させ、発光効率を改善する。

【0025】なお、正孔注入輸送層および電子注入輸送

(4)

5

層は、それぞれにおいて、注入機能を持つ層と輸送機能を持つ層とに別個に設けてもよい。

【0026】発光層の厚さ、正孔注入輸送層の厚さおよび電子注入輸送層の厚さは特に限定されず、形成方法によっても異なるが、通常、5～100nm程度、特に10～100nmとすることが好ましい。

【0027】正孔注入輸送層の厚さおよび電子注入輸送層の厚さは、再結合・発光領域の設計によるが、発光層の厚さと同程度もしくは1/10～10倍程度とすればよい。電子もしくは正孔の、各々の注入層と輸送層を分ける場合は、注入層は1nm以上、輸送層は20nm以上とするのが好ましい。このときの注入層、輸送層の厚さの上限は、通常、注入層で100nm程度、輸送層で100nm程度である。このような膜厚については注入輸送層を2層設けるときの同じである。

【0028】また、組み合わせる発光層や電子注入輸送層や正孔注入輸送層のキャリア移動度やキャリア密度（イオン化ポテンシャル・電子親和力により決まる）を考慮しながら、膜厚をコントロールすることで、再結合領域・発光領域を自由に設計することが可能であり、発光色の設計や、両電極の干渉効果による発光輝度・発光スペクトルの制御や、発光の空間分布の制御を可能にできる。

【0029】本発明のEL素子の発光層には発光機能を有する化合物である蛍光性物質を含有させる。この蛍光性物質としては、例えば、特開昭63-264692号公報等に開示されているようなトリス（8-キノリノラト）アルミニウム等の金属錯体色素が挙げられる。その他、これに加え、あるいは単体で、キナクリドン、クマリン、ルブレン、スチリル系色素、その他テトラフェニルブタジエン、アントラセン、ペリレン、コロネン、12-フタロペリノン誘導体等を用いることもできる。発光層は電子注入輸送層を兼ねたものであってもよく、このような場合はトリス（8-キノリノラト）アルミニウム等を使用することが好ましい。これらの蛍光性物質を蒸着等すればよい。

【0030】また、必要に応じて設けられる電子注入輸送層には、トリス（8-キノリノラト）アルミニウム等の有機金属錯体、オキサジアゾール誘導体、ペリレン誘導体、ピリジン誘導体、ピリミジン誘導体、キノリン誘導体、キノキサリン誘導体、ジフェニルキノン誘導体、ニトロ置換フルオレン誘導体等を用いることができる。上述のように、電子注入輸送層は発光層を兼ねたものであってもよく、このような場合はトリス（8-キノリノラト）アルミニウム等を使用することが好ましい。電子注入輸送層の形成も発光層と同様に蒸着等によればよい。

【0031】なお、電子注入輸送層を電子注入層と電子輸送層とに分けて設ける場合は、電子注入輸送層用の化合物のなかから好ましい組合せを選択して用いること

6

ができる。このとき、陰電極側から電子親和力の値の大きい化合物の層の順に積層することが好ましい。このような積層順については電子注入輸送層を2層以上設けるときの同様である。

【0032】また、正孔注入輸送層には、例えば、特開昭63-295695号公報、特開平2-191694号公報、特開平3-792号公報、特開平5-234681号公報、特開平5-239455号公報、特開平5-299174号公報、特開平7-126225号公報、特開平7-126226号公報、特開平8-100172号公報、EP0650955A1等に記載されている各種有機化合物を用いることができる。例えば、テトラアリアルベンジシン化合物（テトラアリアルジアミンないしテトラフェニルジアミン：TPD）、芳香族三級アミン、ヒドラゾン誘導体、カルバゾール誘導体、トリアゾール誘導体、イミダゾール誘導体、アミノ基を有するオキサジアゾール誘導体、ポリチオフェン等である。これらの化合物は2種以上を併用してもよく、併用するときは別層にして積層したり、混合したりすればよい。

【0033】正孔注入輸送層を正孔注入層と正孔輸送層とに分けて設ける場合は、正孔注入輸送層用の化合物のなかから好ましい組合せを選択して用いることができる。このとき、陽電極（ITO等）側からイオン化ポテンシャルの小さい化合物の層の順に積層することが好ましい。また陽電極表面には薄膜性の良好な化合物を用いることが好ましい。このような積層順については、正孔注入輸送層を2層以上設けるときの同様である。このような積層順とすることによって、駆動電圧が低下し、電流リークの発生やダークスポットの発生・成長を防ぐことができる。また、素子化する場合、蒸着を用いているので1～10nm程度の薄い膜も、均一かつピンホールフリーとすることができるため、正孔注入層にイオン化ポテンシャルが小さく、可視部に吸収をもつような化合物を用いても、発光色の色調変化や再吸収による効率の低下を防ぐことができる。

【0034】正孔注入輸送層は、発光層等と同様に上記の化合物を蒸着すればよい。

【0035】本発明において、陽電極として用いられる透明電極は、好ましくは発光した光の透過率が80%以上となるように陽電極の材料および厚さを決定することが好ましい。具体的には、例えば、錫ドーパ酸化インジウム（ITO）、亜鉛ドーパ酸化インジウム（IZO）、SnO<sub>2</sub>、ドーパントをドーパしたポリピロールなどを陽電極に用いることが好ましい。また、陽電極の厚さは10～500nm程度とすることが好ましい。また、素子の信頼性を向上させるために駆動電圧が低いことが必要である。

【0036】基板材料としては、基板側から発光した光を取り出す構成の場合、ガラスや石英、樹脂等の透明な

(5)

7

いし半透明材料を用いる。また、基板に色フィルター膜や蛍光性物質を含む色変換膜、あるいは誘電体反射膜を用いて発光色をコントロールしてもよい。

【0037】本発明の有機EL素子は、通常、直流駆動型のEL素子として用いられるが、交流駆動またはパルス駆動とすることもできる。印加電圧は、通常、5～20V程度とされる。

【0038】

【実施例】以下、本発明の具体的実施例を比較例とともに示し、本発明をさらに詳細に説明する。

【0039】＜実施例1＞ガラス基板の上にITOを厚さ200nmにスパッタ法にて透明電極としてパターンニングし、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄し、次いで煮沸エタノール中から引き上げて乾燥した。この透明電極表面をUV/O<sub>3</sub>洗浄した後、真空蒸着装置の基板ホルダーに固定して、槽内を1×10<sup>-4</sup>Pa以下まで減圧した。

【0040】次いで減圧状態を保ったまま、N, N'-ジフェニル-N, N'-m-トリル-4, 4'-ジアミノ-1, 1'-ビフェニル(TPD)を蒸着速度0.2nm/secで55nmの厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とした。

【0041】さらに、減圧を保ったまま、Alq<sub>3</sub>:トリリス(8-キノリノラト)アルミニウムを蒸着速度0.2nm/secで50nmの厚さに蒸着して、電子注入輸送・発光層とした。

【0042】次いで、真空蒸着装置からスパッタ装置に移し、DCスパッタ法にてAg・Mg合金(Mg:5at%)をターゲットとして陰電極を200nmの厚さに成膜した。このときのスパッタガスにはKrを用い、ガス圧は15Paとした。また、投入電力は400Wであった。

【0043】最後にSiO<sub>2</sub>を200nmの厚さにスパッタして保護層として、有機薄膜発光素子(EL素子)を得た。この有機EL発光素子は、それぞれ2本ずつの平行ストライプ状陰電極と、8本の平行ストライプ状陽電極を互いに直交させ、2×2mm縦横の素子単体(画素)を互いに2mmの間隔で配置し、8×2の16画素の素子としたものである。

【0044】この有機薄膜発光素子にN<sub>2</sub>雰囲気中で直流電圧を印加し、10mA/cm<sup>2</sup>の一定電流密度で連続駆動させた。初期には、9V、200cd/cm<sup>2</sup>の緑色(発光極大波長λ<sub>max</sub>=520nm)の発光が確認できた。輝度の半減時間は500時間で、その間の駆動電圧の上昇は2Vであった。

＜実施例2＞実施例1と同様にして得た有機EL素子10シートについて、画素160個あたりの電流リークを調べた。なお、電流リークは抵抗が10KΩ以下のものをリーク発生とした。その結果を表1に示す。

【0045】＜実施例3＞実施例1の有機EL素子の製造方法において、スパッタガスをKrからXeにかえた

8

他は同様にして有機EL素子を得た。発光量、および半減時間は実施例1と同様であった。このようにして形成した有機EL素子について、実施例2と同様にして電流リークによる破壊個数を調べた。その結果を表1に示す。

【0046】＜実施例4＞実施例1の有機EL素子の製造方法において、スパッタガスをKrにAr1%を添加したものを用い、スパッタ時のガス圧を20Pa、投入電力200Wとした他は同様にして有機EL素子を得た。発光量、および半減時間は実施例1と同様であった。このようにして形成した有機EL素子について、実施例2と同様にして電流リークによる破壊個数を調べた。その結果を表1に示す。

【0047】＜実施例5＞実施例4の有機EL素子の製造方法において、スパッタガスをKrに添加するガスをArからNe、Heのそれぞれに変えて同様に陰電極を成膜したところ、実施例4とほぼ同様の結果を得た。

【0048】＜実施例6＞実施例1の有機EL素子の製造方法において、スパッタガスをXeにAr1%を添加したものを用い、スパッタ時のガス圧を20Pa、投入電力200Wとした他は同様にして有機EL素子を得た。発光量、および半減時間は実施例1と同様であった。このようにして形成した有機EL素子について、実施例2と同様にして電流リークによる破壊個数を調査した。その結果を表1に示す。

【0049】＜実施例7＞実施例1の有機EL素子の製造方法において、スパッタガスKrのガス圧を5Pa、投入電力300Wとした他は同様にして有機EL素子を得た。リークの無い素子では発光量は実施例1と同等であったが、半減時間は実施例1より低下した。このようにして形成した有機EL素子について、実施例2と同様にして電流リークによる破壊個数を調査した。その結果を表1に示す。

【0050】＜実施例8＞実施例1の有機EL素子の製造方法において、スパッタガスにArを用い、そのガス圧を15Pa、投入電力200Wとした他は同様にして有機EL素子を得た。リークの無い素子では発光量は実施例1と同等であったが、半減時間は実施例1より低下した。このようにして形成した有機EL素子について、実施例2と同様にして電流リークによる破壊個数を調査した。その結果を表1に示す。

【0051】＜実施例9＞実施例1の有機EL素子の製造方法において、スパッタガスをKrにAr20%を添加したものを用い、スパッタ時のガス圧を20Pa、投入電力200Wとした他は同様にして有機EL素子を得た。リークの無い素子では発光量は実施例1と同等であったが、半減時間は実施例1より低下した。このようにして形成した有機EL素子について、実施例2と同様にして電流リークによる破壊個数を調査した。その結果を表1に示す。

(6)

9

10

【0052】＜比較例1＞実施例1の有機EL素子の製造方法において、スパッタガスをAr100%に変更し、スパッタ時のガス圧を3Pa、投入電力200Wとした他は同様にして有機EL素子を得た。このようにして形成した有機EL素子について、実施例1と同様にして\*

\*電流リークによる破壊個数を調査した。その結果を表1に示すが、電流リークが多く素子として使用できなかった。

【0053】

【表1】

表 1

	スパッタガス	ガス圧 (Pa)	投入電力 (W)	リーク発生率
実施例2	Kr	15	400	0/160
実施例3	Xe	15	400	0/160
実施例4	Kr + Ar (1%)	20	200	0/160
実施例5	Kr + Ne (1%)	20	200	0/160
	Kr + He (1%)	20	200	0/160
実施例6	Xe + Ar (1%)	20	200	0/160
実施例7	Kr	5	300	2/160
実施例8	Ar	15	200	5/160
実施例9	Kr + Ar (20%)	20	200	8/160
比較例1	Ar	3	200	151/160

【0054】

【発明の効果】本発明によれば、陰電極界面での膜の密着性が改善され、有機EL素子構造体へのダメージが低減し、有機EL素子の静電破壊が防止でき、素子の長寿命化が可能となる。また、材料の蒸気圧等に制限されることなく前記陰電極が製造できる。

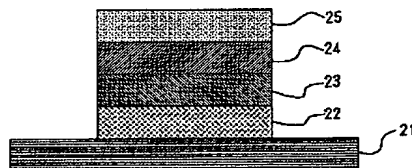
【図面の簡単な説明】

【図1】有機EL素子の構成例を示す概念図である。

【符号の説明】

- 21 基板  
22 陽電極  
23 正孔注入・輸送層  
24 発光層  
25 陰電極

【図1】



# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-125472

(43)Date of publication of application : 15.05.1998

---

(51)Int.Cl.

H05B 33/26

H05B 33/10

---

(21)Application number : 08-299744

(71)Applicant : TDK CORP

(22)Date of filing : 24.10.1996

(72)Inventor : MORI MASAMI  
NAKATANI KENJI  
ARAI MICHIO

---

## (54) MANUFACTURE OF ORGANIC ELECTROLUMINESCENT ELEMENT

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide the manufacture of organic electroluminescent element, which can manufacture organic electroluminescent element at a low threshold voltage without generating a damage in a structural film of an element due to the electron, by using the mixture gas, which is composed of the predetermined component, so as to form a film of a negative electrode with spattering.

**SOLUTION:** Patterning of ITO as a transparent electrode is performed onto a glass board, and this transparent electrode is fixed to a board holder. Continuously, TPD is deposited so as to form a hole filling and transporting layer. Furthermore, 8-quinoline aluminum is deposited so as to form an electron filling and transporting and light emitting layer. Continuously, Ag-Mg alloy is used as a target in DC spattering so as to form a film of a negative electrode. At this stage, Kr is used as a gas. Finally, Si<sub>n</sub> is spattered so as to form a protecting layer, and an organic thin film electroluminescent element(EL element) is thereby obtained. When direct current voltage is applied to this organic thin film electroluminescent element in the N<sub>2</sub> atmosphere so as to continuously drive the element at a constant current density, green light emission can be confirmed.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

22.10.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of

rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office



**\* NOTICES \***

**Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

[Claim(s)]

[Claim 1] The manufacture method of organic EL light emitting device which uses Kr and/or Xe for spatter gas, or forms a cathode in a spatter on organic EL light-emitting-device structure formed on the substrate using this and one or more sorts in Ar, helium, and Ne of mixed gas.

[Claim 2] The manufacture method of organic EL light emitting device of a claim 1 that the working pressure of spatter gas is 10Pa or more.

[Claim 3] The manufacture method of organic EL light emitting device of claims 1 or 2 that Kr and Xe content of the aforementioned spatter gas are 90 - 100%.

[Claim 4] The manufacture method of organic EL light emitting device which forms a cathode by the spatter by 10Pa or more of working pressure on organic EL light-emitting-device structure formed on the substrate.

[Claim 5] The manufacture method of one organic EL light emitting device of the claims 1-4 that a spatter is a DC spatter.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] this invention relates to the manufacture method of the cathode which supplies an electron to a detail at a luminous layer further about organic EL light emitting device (henceforth an organic EL element) which used the organic compound.

[0002]

[Description of the Prior Art] In recent years, organic EL light emitting device is studied briskly. This makes a thin film hole transportation material, such as a tetrapod phenyl diamine (TPD), by vacuum evaporatio no etc. on transparent electrodes (positive electrode), such as tin dope indium oxide (ITO). With the element which has the basic composition which made the luminous layer fluorescent substances, such as an aluminum quinolinol complex (Alq3), furthermore carried out the laminating, and formed the metal electrode with the still smaller work function of Mg etc. (cathode) 10V It is observed by several 100 to 1000 cd/cm2 and very high brightness being obtained on the voltage of order.

[0003] It is thought that what pours in many electrons to a luminous layer is effective as for the material used as a cathode of such an organic EL element. If it puts in another way, a smaller material of a work function can be referred to as suitable as a cathode. Although there are various things as a small material of a work function, as what is used as a cathode of EL light emitting device, MgAg and AILi which are indicated by JP,4-233194,A, for example are common. Since the manufacture process of organic EL light emitting device mainly requires the vacuum evaporatio no using resistance heating as this reason, the source of vacuum evaporatio no has the situation of being naturally restricted to what has high vapor pressure at low temperature. Moreover, since the vacuum evaporatio no process using such resistance heating was used, the adhesion in a film interface became bad and it had also become the factor in which this controls an element life.

[0004] Using a spatter is also considered as one of the vacuum membrane formation. However, although performed by the conditions of 0.5-1.0Pa of gas pressure using inert gas, such as Ar, in the case of the conventional spatter, the atom and atomic group by which a spatter is carried out as compared with the case of vacuum evaporatio no have high kinetic energy with a 10 [ several ] - a number of about 100 times. For this reason, when direct spatter membrane formation is carried out, the damage by electron will be given to the luminous layer formed from the organic substance. When many ionized electron more specifically collides with the organic EL-element structure, an element composition film receives a damage, electrostatic breakdown voltage falls and voltage is impressed to yin-and-yang inter-electrode, leak is produced and it stops functioning as an element.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] At the time of membrane formation of a cathode, the purpose of this invention is low threshold voltage, and is to offer the manufacture method of organic EL light emitting device which moreover does not give the damage to the composition film of the element by electron.

[0006]

[Means for Solving the Problem] Such a purpose is attained by this invention of following the (1) - (5).

(1) The manufacture method of organic EL light emitting device which uses Kr and/or Xe for spatter gas, or forms a cathode in a spatter on organic EL light-emitting-device structure formed on the substrate using

this and one or more sorts in Ar, helium, and Ne of mixed gas.

(2) The manufacture method of organic EL light emitting device the above (1) that the working pressure of spatter gas is 10Pa or more.

(3) The above (1) whose Kr and Xe content of the aforementioned spatter gas are 90 – 100%, or the manufacture method of organic EL light emitting device of (2).

(4) The manufacture method of organic EL light emitting device which forms a cathode by the spatter by 10Pa or more of working pressure on organic EL light-emitting-device structure formed on the substrate.

(5) The manufacture method of one organic EL light emitting device of above-mentioned (1) – (4) that a spatter is a DC spatter.

[0007]

[Embodiments of the Invention] Hereafter, the concrete composition of this invention is explained in detail.

[0008] the organic light-emitting-device structure top by which the manufacture method of organic EL light emitting device of this invention was formed on the substrate -- spatter gas -- Kr, Xe, or these mixed gas -- using these and one or more sorts in Ar, helium, and Ne of mixed gas, a cathode is preferably formed in DC spatter and working pressure of spatter gas is further set to 10Pa or more preferably

[0009] Although spatter gas may be Kr+Xe of arbitrary quantitative ratios, Kr or its Xe is desirable and especially its Kr simple substance is desirable. By using Kr and Xe, it is hard coming to ionize spatter gas, and generating of electron also decreases. Moreover, when Kr or Xe, and 1–3 sorts in Ar, helium, and Ne of mixed gas may be used and it uses such mixed gas, the partial pressure of Kr or Xe is made into 90% or more. Thus, by using mixed gas, there is little injection power and it ends.

[0010] As working pressure at the time of the spatter of such spatter gas, 10Pa or more and about further 12–50Pa are preferably desirable. As for working pressure, considering as the highest possible pressure is desirable. If the pressure of spatter gas is high, the metal atom and atomic group which come flying from a target become that it collides with spatter gas and is easy to be scattered about, and since a free process decreases, kinetic energy will also become small. Although the damage to the organic EL-element structure falls when setting working pressure to 10Pa or more, spatter gas may be one or more sorts, such as Ar, Ne, helium, Kr, and Xe. However, if the aforementioned spatter gas containing Kr and Xe is used, a damage will decrease more. The organic EL-element structure means the organic EL element before cathode formation here.

<BR> [0011] Although the RF spatter using RF power supply as a spatter is also possible, in order to lessen the damage to the organic EL-element structure, it is desirable to use DC spatter. As power of DC sputtering system, they are 0.1 – 4 W/cm<sup>2</sup>, especially 0.5 – 1 W/cm<sup>2</sup> preferably. It is a range.

[0012] as a component of the cathode formed in such a spatter, in order to perform an electron injection effectively, in order to raise metallic element simple substances, such as K, Li, Na, Mg, La, Ce, calcium, Sr, Ba, aluminum, Ag, In, Sn, Zn, and Zr, or stability, the thing using the alloy system containing them of two components and three components is desirable as matter of a low work function As an alloy system, Ag–Mg (Ag:1 – 20at%), aluminum–Li (Li:0.5 – 10at%), In–Mg (Mg:50 – 80at%), aluminum–calcium (calcium:5 – 20at%), etc. are desirable, for example. Therefore, as a target, such [ usually ] a cathode composition metal and an alloy are used.

[0013] Moreover, what is necessary is just to set preferably 50nm or more of thickness of a cathode thin film to 100nm or more that what is necessary is just to consider as the thickness more than [ which can perform an electron injection enough ] fixed. Moreover, although there is especially no limit in the upper limit, thickness is just usually about 100–500nm.

[0014] The organic light emitting device manufactured by the method of this invention has a cathode on this with a positive electrode on a substrate, is inserted into these electrodes, has the charge transporting bed of at least one layer, and a luminous layer, respectively, and has a protective layer as the best layer further. In addition, a charge transporting bed is omissible. And a cathode consists of small metals or alloys of a work function which are formed by the spatter as above-mentioned.

[0015] The example of composition of the organic light emitting device manufactured by this invention is shown in drawing 1 . The EL element shown in this drawing has the positive electrode 22, a hole injection and a transporting bed 23, luminescence and the electron-injection transporting bed 24, and a cathode 25

one by one on a substrate 21.

[0016] The EL element of this invention can be considered not only as the example of illustration but as various composition, for example, can prepare a luminous layer independently and can also be considered as the composition between which the electron-injection transporting bed was made to be placed between this luminous layer and metal electrode. Moreover, you may mix a hole injection and a transporting bed 23, and a luminous layer if needed.

[0017] Although a cathode forms membranes as mentioned above, organic layers, such as a luminous layer, can be formed with vacuum deposition etc. and a positive electrode can be formed by vacuum evaporation, the sputter, etc., each of these films can carry out patterning by methods, such as etching, after mask vacuum evaporation or film formation if needed, and can obtain a desired luminescence pattern by this. Furthermore, a substrate is TFT (TFT) and it can also consider as a display and a drive pattern as it is by forming each film according to the pattern. the last — SiOX etc. — what is necessary is just to form the protective layer which consists of organic materials, such as inorganic material and Teflon

[0018] With the composition which takes out the light which emitted light from the substrate 1 side, even if a protective layer is transparent, it may be opaque. What is necessary is to choose and use transparent material (for example, SiO<sub>2</sub>, SiALON, etc.), or to control thickness, and just to make it become transparence (for the permeability of luminescence light to be 80% or more preferably), when making it transparent. Generally, thickness of a protective layer is set to about 50–1200nm. What is necessary is just to form a protective layer by the general sputter, the vacuum deposition, etc.

[0019] Furthermore, in order to prevent oxidization of the organic layer of an element, or an electrode, it is desirable to form a closure layer on an element. A closure layer pastes up and seals closure boards, such as a glass plate, using adhesive resin layers, such as commercial photoresist adhesives of low hygroscopicity, epoxy system adhesives, silicone system adhesives, and a bridge formation ethylene-vinylacetate-copolymer adhesives sheet, in order to prevent invasion of moisture. A metal plate, a plastic sheet, etc. can also be used besides a glass plate.

[0020] Next, the organic layer prepared in the EL element of this invention is described.

[0021] A luminous layer has an electron hole (hole) and electronic pouring functions, those transportation functions, and the function to make the reunion of an electron hole and an electron generate an exciton. It is desirable to use a neutral compound for a luminous layer comparatively electronically.

[0022] A charge transporting bed has the function which bars the function which makes easy pouring of the electron hole from a positive electrode, the function to convey an electron hole, and an electron, and is also called a hole-injection transporting bed.

[0023] In addition, when the electron-injection transportation function of the compound used for a luminous layer if needed is not so high, you may prepare the electron-injection transporting bed which has the function which bars the function which makes pouring of the electron from a cathode easy, the function to convey an electron, and an electron hole between a luminous layer and a cathode as mentioned above.

[0024] A hole-injection transporting bed and an electron-injection transporting bed increase – Make the electron hole and electron which are poured in to a luminous layer shut up, make a recombination field optimize, and improve luminous efficiency.

[0025] In addition, in each, you may prepare separately a hole-injection transporting bed and an electron-injection transporting bed in a layer with a pouring function, and a layer with a transportation function.

[0026] Especially although the thickness of a luminous layer, the thickness of a hole-injection transporting bed, and especially the thickness of an electron-injection transporting bed are not limited but it changes also with formation methods, it is usually desirable to be referred to as 10–100nm about 5–100nm.

[0027] What is necessary is just to make them into of the same grade as the thickness of a luminous layer or 1 / about 10 to 10 times, although the thickness of a hole-injection transporting bed and the thickness of an electron-injection transporting bed are based on the design of a recombination radiation field. When dividing the pouring layer and transporting bed of an electron or an electron hole, it is desirable that set a pouring layer to 1nm or more, and a transporting bed sets to 20nm or more. The upper limit of the

thickness of the pouring layer at this time and a transporting bed is [ in a pouring layer ] usually about 100nm at about 100nm and a transporting bed. It is the same when preparing two layers of pouring transporting beds about such thickness.

[0028] Moreover, taking into consideration the carrier mobility and carrier density (decided by ionization potential and the electron affinity) of the luminous layer and electron-injection transporting bed to combine, or a hole-injection transporting bed, in controlling thickness, it is possible to design a recombination field and a luminescence field freely, and design of the luminescent color, control of the luminescence brightness and emission spectrum by the interference effect of two electrodes, and control of the spatial distribution of luminescence are enabled.

[0029] The luminous layer of the EL element of this invention is made to contain the fluorescence nature matter which is the compound which has a luminescence function. As this fluorescence nature matter, metal complex coloring matter, such as tris (8-quinolinolato) aluminum which is indicated by JP,63-264692,A etc., is mentioned, for example. In addition, in addition to this, a Quinacridone, a coumarin, rubrene, styryl system coloring matter, other tetrapod phenyl butadienes, an anthracene, a perylene, a coronene, a 12-phtalo peri non derivative, etc. can also be used alone. A luminous layer may serve as an electron-injection transporting bed, and, in such a case, it is desirable to use tris (8-quinolinolato) aluminum etc. Vacuum evaporation etc. should just carry out these fluorescence nature matter.

[0030] Moreover, organometallic complexes, such as tris (8-quinolinolato) aluminum, an OKISA diazole derivative, a perylene derivative, a pyridine derivative, a pyrimidine derivative, a quinoline derivative, a quinoxaline derivative, a diphenyl quinone derivative, a nitration fluorene derivative, etc. can be used for the electron-injection transporting bed prepared if needed. As mentioned above, an electron-injection transporting bed may serve as a luminous layer, and, in such a case, it is desirable to use tris (8-quinolinolato) aluminum etc. What is necessary is just to depend formation of an electron-injection transporting bed as well as a luminous layer on vacuum evaporation etc.

[0031] In addition, when dividing an electron-injection transporting bed into an electron-injection layer and an electronic transporting bed and \*\*\*\*(ing) it, a desirable combination can be chosen and used out of the compound for electron-injection transporting beds. At this time, it is desirable to carry out a laminating to the order of the layer of a compound with the large value of an electron affinity from a cathode side. It is the same when preparing an electron-injection transporting bed more than two-layer about such order of a laminating.

[0032] Moreover, the various organic compounds indicated by JP,63-295695,A, JP,2-191694,A, JP,3-792,A, JP,5-234681,A, JP,5-239455,A, JP,5-299174,A, JP,7-126225,A, JP,7-126226,A, JP,8-100172,A, and the EP0650955A1 grade can be used for a hole-injection transporting bed. For example, they are a tetrapod aryl BENJISHIN compound (a tetrapod aryl diamine or tetrapod phenyl diamine : TPD), the third class amine of aromatic series, a hydrazone derivative, a carbazole derivative, a triazole derivative, an imidazole derivative, the OKISA diazole derivative that has an amino group, the poly thiophene, etc. What is necessary is to use these compounds as another layer, to carry out the laminating of them or just to mix them, when two or more sorts may be used together and it uses together.

[0033] When dividing a hole-injection transporting bed into a hole-injection layer and an electron hole transporting bed and \*\*\*\*(ing) it, a desirable combination can be chosen and used out of the compound for hole-injection transporting beds. At this time, it is desirable to carry out a laminating to the order of the layer of the small compound of ionization potential from positive electrode sides (ITO etc.). Moreover, it is desirable to use the good compound of thin film nature for a positive electrode front face. About such order of a laminating, when preparing a hole-injection transporting bed more than two-layer, it is the same. By considering as such order of a laminating, driver voltage can fall and generating of current leak, and generating and growth of a dark spot can be prevented. Moreover, since vacuum evaporation is used when element-izing, an about 1-10nm thin film can also prevent decline in the efficiency by color tone change and the resorption of the luminescent color, even if ionization potential is small in a hole-injection layer and it uses a compound which has absorption in a visible region, since it can consider as homogeneity and a pinhole free-lancer.

[0034] A hole-injection transporting bed should just carry out the vacuum evaporation of the above-mentioned compound like a luminous layer etc.

[0035] As for the transparent electrode used as a positive electrode, in this invention, it is preferably desirable to determine the material and thickness of a positive electrode that the permeability of the light which emitted light will become 80% or more. It is desirable to specifically use for a positive electrode the polypyrrole which doped tin dope indium oxide (ITO), zinc dope indium oxide (IZO), SnO<sub>2</sub>, and the dopant. Moreover, as for the thickness of a positive electrode, it is desirable to be referred to as about 10–500nm. Moreover, in order to raise the reliability of an element, it is required for driver voltage to be low.

[0036] In composition of taking out the light which emitted light from the substrate side as a substrate material, the transparence or translucent material of glass, a quartz, a resin, etc., etc. is used. Moreover, you may control the luminescent color using the color conversion film which contains a color filter film and the fluorescence nature matter in a substrate, or a dielectric reflective film.

[0037] Usually, although the organic EL element of this invention is used as a direct-current drive type EL element, it can also be considered as an alternating current drive or a pulse drive. Applied voltage is usually made into about 5–20V.

[0038]

[Example] Hereafter, the concrete example of this invention is shown with the example of comparison, and this invention is further explained to a detail.

[0039] Patterning of the ITO was carried out to 200nm in thickness as a transparent electrode in the spatter on the <example 1> glass substrate, and it cleaned ultrasonically using neutral detergent, an acetone, and ethanol, and subsequently it pulled up out of boiling ethanol, and dried. It is this transparent-electrode front face UV/O<sub>3</sub> After washing, it fixed to the substrate electrode holder of a vacuum evaporation system, and the inside of a tub was decompressed to  $1 \times 10^{-4}$  or less Pa.

[0040] subsequently, having maintained the reduced pressure state -- N and N' -- diphenyl-N and N' -- the -m-tolyl -4 and 4' -- the - diamino -1 and 1' -- the vacuum evaporation of the - biphenyl (TPD) was carried out to the thickness of 55nm by evaporation-rate 0.2 nm/sec, and it considered as the hole-injection transporting bed

[0041] Furthermore, it is Alq<sub>3</sub>, with reduced pressure maintained. : The vacuum evaporation of the tris (8-quinolinolato) aluminum was carried out to the thickness of 50nm by evaporation-rate 0.2 nm/sec, and it considered as electron-injection transportation and the luminous layer.

[0042] Subsequently, it moved from the vacuum evaporation system to the sputtering system, and the cathode was formed in thickness of 200nm by using a Ag-Mg alloy (Mg:5at%) as a target in DC spatter. Gas pressure was set to 15Pa at the spatter gas at this time using Kr. Moreover, injection power was 400W.

[0043] It is SiO<sub>2</sub> to the last. The spatter was carried out to the thickness of 200nm, and the organic thin film light emitting device (EL element) was obtained as a protective layer. This organic EL light emitting device makes every two parallel stripe-like cathodes and eight parallel stripe-like positive electrodes intersect perpendicularly mutually, respectively, arranges the element simple substance (pixel) of each other in every direction 2x2mm at intervals of 2mm, and is taken as the 16-pixel element of 8x2.

[0044] It is N<sub>2</sub> to this organic thin film light emitting device. Direct current voltage was impressed in atmosphere and the continuation drive was carried out with the fixed current density of 10 mA/cm<sup>2</sup>. In early stages, luminescence of the green (luminescence maximum-wave length  $\lambda_{\text{max}} = 520\text{nm}$ ) of 9V and 200 cd/cm<sup>2</sup> has been checked. the half line of brightness -- 500 hours -- it is -- elevation of driver voltage in the meantime -- 2V it was .

The current leak per 160 pixels was investigated about organic EL-element 10 sheet obtained like the <example 2> example 1. In addition, as for current leak, resistance considered the following [ 10 Kohm ] as leak generating. The result is shown in Table 1.

[0045] In the manufacture method of the organic EL element of the <example 3> example 1, spatter gas was changed to Xe from Kr, and also the organic EL element was obtained similarly. The amount of luminescence and half line were the same as that of an example 1. Thus, about the formed organic EL element, the destructive number by current leak was investigated like the example 2. The result is shown in

Table 1.

[0046] in the manufacture method of the organic EL element of the <example 4> example 1, Ar1% was added for spatter gas to Kr -- it used, and gas pressure at the time of a spatter was set to 20Pa and injection power 200W, and also the organic EL element was obtained similarly The amount of luminescence and half line were the same as that of an example 1. Thus, about the formed organic EL element, the destructive number by current leak was investigated like the example 2. The result is shown in Table 1.

[0047] In the manufacture method of the organic EL element of the <example 5> example 4, when the gas which adds spatter gas to Kr was changed into each of Ne and helium from Ar and the cathode was formed similarly, the almost same result as an example 4 was obtained.

[0048] in the manufacture method of the organic EL element of the <example 6> example 1, Ar1% was added for spatter gas to Xe -- it used, and gas pressure at the time of a spatter was set to 20Pa and injection power 200W, and also the organic EL element was obtained similarly The amount of luminescence and half line were the same as that of an example 1. Thus, about the formed organic EL element, the destructive number by current leak was investigated like the example 2. The result is shown in Table 1.

[0049] In the manufacture method of the organic EL element of the <example 7> example 1, gas pressure of spatter gas Kr was set to 5Pa and injection power 300W, and also the organic EL element was obtained similarly. With the element without leak, although the amount of luminescence was equivalent to the example 1, half line fell from the example 1. Thus, about the formed organic EL element, the destructive number by current leak was investigated like the example 2. The result is shown in Table 1.

[0050] In the manufacture method of the organic EL element of the <example 8> example 1, Ar was used for spatter gas, the gas pressure was set to 15Pa and injection power 200W, and also the organic EL element was obtained similarly. With the element without leak, although the amount of luminescence was equivalent to the example 1, half line fell from the example 1. Thus, about the formed organic EL element, the destructive number by current leak was investigated like the example 2. The result is shown in Table 1.

[0051] in the manufacture method of the organic EL element of the <example 9> example 1, Ar20% was added for spatter gas to Kr -- it used, and gas pressure at the time of a spatter was set to 20Pa and injection power 200W, and also the organic EL element was obtained similarly With the element without leak, although the amount of luminescence was equivalent to the example 1, half line fell from the example 1. Thus, about the formed organic EL element, the destructive number by current leak was investigated like the example 2. The result is shown in Table 1.

[0052] In the manufacture method of the organic EL element of the <example 1 of comparison> example 1, spatter gas was changed to Ar100%, gas pressure at the time of a spatter was set to 3Pa and injection power 200W, and also the organic EL element was obtained similarly. Thus, about the formed organic EL element, the destructive number by current leak was investigated like the example 1. Although the result was shown in Table 1, current leak has not used it as an element mostly.

[0053]

[Table 1]

	スパッタガス	ガス圧 (Pa)	投入電力 (W)	リーク発生率
実施例 2	K r	15	400	0/160
実施例 3	X e	15	400	0/160
実施例 4	K r + A r (1%)	20	200	0/160
実施例 5	K r + N e (1%)	20	200	0/160
	K r + H e (1%)	20	200	0/160
実施例 6	X e + A r (1%)	20	200	0/160
実施例 7	K r	5	300	2/160
実施例 8	A r	15	200	5/160
実施例 9	K r + A r (20%)	20	200	8/160
比較例 1	A r	3	200	151/160

[0054]

[Effect of the Invention] According to this invention, the adhesion of the film in a cathode interface is improved, the damage to the organic EL-element structure decreases, the electrostatic discharge of an organic EL element can be prevented, and the reinforcement of an element becomes possible. Moreover, the aforementioned cathode can be manufactured, without being restricted to the vapor pressure of material etc.

[Translation done.]



**\* NOTICES \***

**Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

---

**DESCRIPTION OF DRAWINGS**

---

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is the conceptual diagram showing the example of composition of an organic EL element.

[Description of Notations]

21 Substrate

22 Positive Electrode

23 Hole Injection and Transporting Bed

24 Luminous Layer

25 Cathode

---

[Translation done.]